



**Propoksur teknis**





Daftar isi

Daftar isi .....	i
Prakata .....	ii
1 Ruang lingkup .....	1
2 Acuan normatif .....	1
3 Istilah dan definisi .....	1
4 Syarat mutu .....	1
5 Pengambilan contoh .....	1
6 Cara uji .....	2
7 Penandaan .....	7
8 Pengemasan .....	7
Bibliografi .....	8





## Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Propoksur teknis* merupakan standar baru yang disusun dengan maksud untuk meningkatkan jaminan mutu, mengingat propoksur teknis telah banyak diperdagangkan dengan mutu yang bervariasi dan digunakan untuk membuat formulasi pestisida.

Standar ini telah dibahas dalam rapat konsensus di Jakarta pada tanggal 7 Desember 2004 yang dihadiri oleh wakil-wakil produsen, konsumen, asosiasi, pakar dari perguruan tinggi dan lembaga penelitian dan instansi terkait.

Standar ini disusun oleh Panitia teknis 134 S, Kimia organik dan Agrokimia.





## Propoksur teknis

### 1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi ruang lingkup, acuan normatif, istilah dan definisi, syarat mutu, pengambilan contoh, cara uji, penandaan dan pengemasan propoksur teknis.

### 2 Acuan normatif

SNI 19-0428-1998, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*.

### 3 Istilah dan definisi

#### 3.1

#### propoksur teknis

tepung berwarna putih hingga putih keabu-abuan dengan nama kimia 2-isopropoxyphenyl methylcarbamate, rumus molekul  $C_{11}H_{15}NO_3$  nomor CAS 114-26-1, digunakan sebagai bahan aktif insektisida

### 4 Syarat Mutu

**Tabel 1 Spesifikasi persyaratan mutu**

No	Jenis uji	Satuan	Persyaratan
1	Propoksur	% b/b	minimum 97,0
2	Air	% b/b	maksimum 0,2
3	Keasaman, dihitung sebagai $H_2SO_4$	% b/b	maksimum 0,05
4	Alkalinitas, dihitung sebagai NaOH	% b/b	maksimum 0,01
5	Bahan tidak larut dalam aseton	% b/b	maksimum 0,1
6	Titik leleh	$^{\circ}C$	86 – 91,5

### 5 Pengambilan contoh

Pengambilan contoh sesuai dengan SNI 19-0428-1998, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*.



## 6 Cara uji

### 6.1 Kadar propoksur

#### 6.1.1 Prinsip

Contoh dilarutkan dalam asetonitril dan ditambahkan n-butirofenon sebagai standar internal. Kadar propoksur ditetapkan dengan kromatograf cair kinerja tinggi (KCKT), menggunakan kolom fase balik dan fase gerak asetonitril-akuades.

#### 6.1.2 Pereaksi

- akuades, kualitas KCKT;
- asetonitril, kualitas KCKT;
- standar internal n-butirofenon;
- standar propoksur yang diketahui kemurniannya.

#### 6.1.3 Peralatan

- kondisi KCKT
  - detektor : UV panjang gelombang 280 nm;
  - kolom : C<sub>18</sub> 250 x 4,6 mm, 10 µm atau setara;
  - recorder/alat pencatat
  - suhu kolom : suhu kamar;
  - fase gerak : asetonitril akuades (60 : 40 v/v);
  - kecepatan alir : 1,5 ml/menit;
  - volume penyuntikan : 20 µl;
  - waktu retensi : propoksur 3,75 menit;  
standar internal 6,50 menit;
- neraca analitik;
- membran penyaring 0,45 µm;
- labu ukur 10 ml, 50 ml dan 100 ml;
- pompa vakum;

#### 6.1.4 Prosedur

- Persiapan fase gerak
  - masukkan 600 ml asetonitril dan 400 ml akuades, ke dalam bejana gelas kapasitas 1000 ml, aduk dengan baik hingga homogen
  - saring dengan menggunakan membran penyaring 0,45 µm dan hilangkan gelembung udara dengan menggunakan bak ultra sonik.
- Persiapan larutan standar internal
 

Timbang teliti 6 g standar internal n-butirofenon, masukkan ke dalam labu ukur 200 ml, encerkan dengan asetonitril hingga tanda tera, kocok dengan baik.
- Persiapan larutan standar propoksur
  - timbang teliti 300 mg propoksur, masukkan ke dalam labu ukur 50 ml, tambahkan 10,0 ml larutan standar internal, encerkan dengan asetonitril hingga tanda tera, kocok dengan baik
  - pipet 10,0 ml larutan tersebut, masukkan ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan dengan asetonitril hingga tanda tera kocok dengan baik
  - saring sebagian larutan tersebut dengan menggunakan membran penyaring 0,45 µm



- d) Persiapan larutan contoh
- timbang teliti sejumlah contoh yang mengandung 300 mg propoksur, masukkan ke dalam labu ukur 50 ml
  - pipet 10,0 ml larutan standar internal, masukkan ke dalam labu ukur 50 ml, yang berisi propoksur, encerkan dengan asetonitril hingga tanda tera, kocok selama 1 menit
  - pipet 10,0 ml larutan tersebut, masukkan ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan dengan asetonitril hingga tanda tera, kocok dengan baik. Saring larutan tersebut dengan membran penyaring 0,45 µm.
- e) Penetapan
- atur kondisi KCKT sampai mencapai kondisi optimal dengan garis dasar kromatogram lurus
  - suntikan masing-masing 20 µl contoh dan larutan standar. Penyuntikan dilakukan masing-masing dua kali

### 6.1.5 Perhitungan

Rasio (R) respon setiap suntikan menggunakan persamaan

$$R = \frac{\text{luas puncak kromatogram propoksur}}{\text{luas puncak kromatogram standar internal}}$$

$$\text{Kadar propoksur (\% b/b)} = \frac{R_1}{R_2} \times \frac{W_1}{W_2} \times P$$

dengan:

$R_1$  adalah rasio luas puncak propoksur dengan standar internal dalam contoh;

$R_2$  adalah rasio luas puncak standar propoksur dengan standar internal;

$W_1$  adalah bobot standar propoksur, (mg);

$W_2$  adalah bobot contoh propoksur, (mg);

$P$  adalah kemurnian standar propoksur, (%).

## 6.2 Kadar air

### 6.2.1 Prinsip

Contoh didispersikan dalam metanol dan dititar dengan pereaksi Karl Fischer yang diketahui kesetaraan airnya.

### 6.2.2 Pereaksi

- pereaksi Karl Fischer
- metanol bebas air, kandungan air < 0,03 % b/b

### 6.2.3 Peralatan

- neraca analitik
- botol timbang
- alat uji kadar air Karl Fischer



#### 6.2.4 Prosedur

- a) penentuan faktor kesetaraan air pada pereaksi Karl Fischer (f)
- pipet 20 ml metanol, masukkan ke dalam bejana Karl Fischer, titar dengan pereaksi Karl Fischer sampai tercapai titik akhir (a ml);
  - timbang teliti 50 mg akuades ( $W_1$  mg), masukkan ke dalam bejana Karl Fischer, lanjutkan penitaran sampai tercapai titik akhir (b ml).

$$f \text{ (mg / ml)} = \frac{W_1}{b - a}$$

dengan:

f adalah faktor kesetaraan air pada pereaksi Karl Fischer;

a adalah penitaran metanol, (ml);

b adalah penitaran akuades, (ml);

$W_1$  adalah bobot akuades, (mg).

- b) penetapan

- pipet 20 ml metanol, masukkan ke dalam bejana Karl Fischer, titar dengan pereaksi Karl Fischer sampai titik akhir (c ml);
- timbang teliti 2 g contoh ( $W_2$  g), masukkan ke dalam bejana Karl Fischer, lanjutkan penitaran sampai tercapai titik akhir (d ml).

#### 6.2.5 Perhitungan

$$\text{Air (\% b/b)} = \frac{f \times (d - c)}{10 W_2}$$

dengan:

c adalah penitaran methanol, (ml);

d adalah penitaran contoh, (ml);

$W_2$  adalah bobot contoh, (mg).

### 6.3 Keasaman

#### 6.3.1 Prinsip

Keasaman ditetapkan secara penitaran alkali dengan indikator merah metil.

#### 6.3.2 Pereaksi

- a) Aseton;
- b) larutan NaOH 0,02 N;
- c) larutan indikator merah metil 0,1 %;
- d) akuades.

#### 6.3.3 Peralatan

- a) neraca analitik;
- b) gelas ukur 50 ml dan 100 ml;
- c) pipet tetes;
- d) buret 25 ml;
- e) erlenmeyer 250 ml.



### 6.3.4 Prosedur

- timbang teliti 10 g contoh ( b, g ), masukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml, larutkan dalam 25 ml aseton, tambahkan 75 ml akuades dan 3 tetes larutan indikator merah metal;
- titar dengan larutan NaOH 0,02 N sampai warna berubah dari merah menjadi kuning jingga ( $V_1$  ml);
- buat blanko, terdiri dari 25 ml aseton, 75 ml akuades dan 3 tetes indikator merah metil, titar dengan larutan NaOH 0,02 N sampai warna berubah dari merah menjadi kuning jingga ( $V_2$  ml).

### 6.3.5 Perhitungan

$$\text{Keasaman, dihitung sebagai H}_2\text{SO}_4 \text{ (\% b/b)} = \frac{4,904 \times N \times (V_1 - V_2)}{b}$$

dengan:

- N adalah konsentrasi larutan NaOH 0,02 N;  
 $V_1$  adalah volume larutan NaOH 0,02 N untuk titrasi contoh, ml;  
 $V_2$  adalah volume larutan NaOH 0,02 N untuk titrasi blanko, ml;  
 b adalah bobot contoh, (g).

## 6.4 Alkalinitas

### 6.4.1 Prinsip

Alkalinitas ditetapkan secara penitaran asam dengan indikator merah metil.

### 6.4.2 Pereaksi

- aseton;
- larutan HCl 0,02 N;
- larutan indikator merah metil 0,1 %;
- akuades

### 6.4.3 Peralatan

- neraca analitik;
- gelas ukur 50 ml dan 100 ml;
- pipet tetes;
- buret 25 ml;
- erlenmeyer 250 ml

### 6.4.4 Prosedur

- timbang teliti 10 g contoh ( b, g ), masukkan ke dalam erlenmeyer 250 ml, larutkan dalam 25 ml aseton, tambahkan 75 ml akuades dan 3 tetes larutan indikator merah metal;
- titar dengan larutan HCl 0,02 N sampai warna berubah dari kuning jingga merah ( $V_1$  ml);
- buat blanko, terdiri dari 25 ml aseton, 75 ml akuades dan 3 tetes merah metil, titar dengan larutan HCl 0,02 N sampai warna berubah dari kuning jingga menjadi merah ( $V_2$  ml).



#### 6.4.5 Perhitungan

$$\text{Alkalinitas, dihitung sebagai NaOH (\% b/b)} = \frac{4,0 \times N \times (V_1 - V_2)}{b}$$

dengan:

N adalah konsentrasi larutan HCl 0,02 N;

V<sub>1</sub> adalah volume larutan HCl 0,02 N untuk titrasi contoh, ml;

V<sub>2</sub> adalah volume larutan HCl 0,02 N untuk titrasi blanko, ml;

b adalah bobot contoh, (g).

#### 6.5 Bahan tidak larut dalam aseton

##### 6.5.1 Prinsip

Contoh dilarutkan dalam aseton, kemudian disaring dan ditimbang bahan yang tidak larut dalam aseton.

##### 6.5.2 Pereaksi

- a) Aseton bebas air, telah dikeringkan dengan natrium sulfat bebas air.

##### 6.5.3 Peralatan

- a) neraca analitik;
- b) gelas ukur;
- c) pengaduk;
- d) desikator;
- e) cawan dengan kaca masir porositas P 40 (ukuran 16-40 µm);
- f) bak penangas air;
- g) labu bulat;
- h) kondensor refluks;
- i) oven.

##### 6.5.4 Prosedur

- a) keringkan cawan kaca masir pada suhu 110°C selama 2 jam. Dinginkan dalam desikator dan timbang (b<sub>0</sub>);
- b) timbang teliti 10 g contoh (b<sub>1</sub>), masukkan ke dalam labu bulat, tambahkan 150 ml aseton. dan hubungkan dengan kondensor refluks selama 10 menit, atau aduk sampai larut sempurna;
- c) saring larutan melalui cawan kaca masir yang telah diketahui beratnya, sampai cairan habis;
- d) bilas dengan 3 x 20 ml aseton;
- e) keringkan cawan berisi bahan tidak terlarut dalam oven pada suhu 110°C selama 20 menit;
- f) dinginkan dalam desikator selama 20 menit dan timbang (b<sub>2</sub>).



### 6.5.5 Perhitungan

$$\text{Bahan tidak larut dalam aseton (\% b/b)} = \frac{(b_2 - b_0)}{b_1} \times 100$$

dengan:

$b_0$  adalah bobot cawan kosong, (g);

$b_1$  adalah bobot contoh, (g);

$b_2$  adalah bobot cawan dan bahan tak terlarut, (g).

## 6.6 Titik leleh

### 6.6.1 Prinsip

Mengamati suhu pada saat contoh mulai meleleh.

### 6.6.2 Peralatan

- a) alat uji titik leleh;
- b) gelas kapiler.

### 6.6.3 Prosedur

- a) hidupkan alat uji titik leleh, atur suhu sesuai kebutuhan;
- b) masukkan sedikit contoh ke dalam gelas kapiler bagian dasar;
- c) tempatkan dalam alat uji titik leleh;
- d) catat suhu saat contoh mulai meleleh sampai semua mencair.

## 7 Penandaan

Pada kemasan dicantumkan sekurang-kurangnya.

- nama produk;
- kode produksi;
- berat bersih;
- tanda bahaya;
- nama dan alamat produsen atau importir.

## 8 Pengemasan

Produk dikemas dalam wadah kedap udara, tidak bereaksi dengan isi, aman selama penyimpanan dan transportasi.



## Bibliografi

Full Specification WHO/SIT/18.R4, *Propoxur Technical Revised* tahun 1999.

FAO Specification AGP/CP/322, *Propoxur* tahun 1995.

CIPAC handbook, Volume F, *Physico-chemical methods for technical and formulated pesticides* tahun 1995:

MT 2 ; Melting Point

MT 27 : Material insoluble in acetone

MT 30.1 : Karl fischer method

MT 31 : Free acidity or alkalinity

FAO Specification 80/TC/S/F, AGP/CP/322, *Propoxur technical* tahun 1991.

The Pesticides manual, Twelfth Edition, British Crop Protection Council, tahun 2000.

